

Cole, Monique

DERWENT-ACC-NO: 1986-226129

DERWENT-WEEK: 198635

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Quat. alkylamido betaine ester(s) - useful fabric softener cpds. added to rinse water

INVENTOR: BUCKING, H W; HEISS, L

PATENT-ASSIGNEE: HOECHST AG[FARH]

PRIORITY-DATA: 1985DE-3505269 (February 15, 1985)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO | PUB-DATE | LANGUAGE | PAGES | MAIN-IPC |
|---------------|------------------|----------|-------|----------|
| DE 3505269 A | August 21, 1986 | N/A | 015 | N/A |
| BR 8600628 A | October 29, 1986 | N/A | 000 | N/A |
| EP 192145 A | August 27, 1986 | G | 000 | N/A |
| ES 8705851 A | August 1, 1987 | N/A | 000 | N/A |
| JP 61189254 A | August 22, 1986 | N/A | 000 | N/A |

DESIGNATED-STATES: AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE

CITED-DOCUMENTS: A3...198711; DE 2708823 ; No-SR.Pub

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO | APPL-DESCRIPTOR | APPL-NO | APPL-DATE |
|--------------|-----------------|----------------|-------------------|
| DE 3505269A | N/A | 1985DE-3505269 | February 15, 1985 |
| EP 192145A | N/A | 1986EP-0101631 | February 8, 1986 |
| ES 8705851A | N/A | 1986ES-0551940 | February 13, 1986 |
| JP 61189254A | N/A | 1986JP-0027010 | February 12, 1986 |

INT-CL (IPC): C07C010/44, C07C103/44, C11D001/62, D06M013/46

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3505269A

BASIC-ABSTRACT:

Quat. alkylamidobetaine esters of formula (I) are new; in which R1 and R5 independently = 12-30C alkyl or 12-30C alkenyl; R2 = H or CH3; R3 and R4 independently = 1-3C alkyl, y = 0-10 and x = 1 or 2.

Pref. in (I) R1 and R5 = 14-25C alkyl or 14-25C alkenyl, R2 = H, R4 = CH3 or C2H5, y = 0-3 and x = 1. Pref. rinsing compsns. contain at least 1 wt.% (I)

and a remainder up to 100% of conventional adjuvants and opt. water, esp. a compsn. contg. 1-5 wt.% (I) and 0.1-3 wt.% nonionic dispersing agent or a compsn. contg. 10-30 wt.% (I) and 3-10 wt.% non-ionic dispersing agent. A claimed rinsing agent comprises 30-70% (I), 5-20% non-ionic dispersing agent, 5-30% 1-5C alkanol and 5-30% of a liq. ethylene- or propylene glycol or a 1-4C alkyl ether of these.

USE/ADVANTAGE - (I) are useful fabric softeners (claimed) which can be supplied in the form of conc. aq. or alcoholic solns. and which can be dispersed in cold water without difficulty to give final rinse baths which provide fabrics with a good soft feel and also with antistatic properties.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: QUATERNARY ALKYLAMIDO BETAINE ESTER USEFUL FABRIC SOFTEN COMPOUND
ADD RINSE WATER

DERWENT-CLASS: A25 A97 D25 E16 F06

CPI-CODES: A12-S05S; D11-B15A; E10-A22D; F03-C05;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

H181 H581 H582 H583 H584 H589 H721 H722 J0 J012
J2 J271 J3 J371 K0 L7 L722 M210 M211 M212
M213 M225 M226 M231 M232 M233 M262 M272 M273 M281
M282 M311 M312 M313 M321 M322 M323 M331 M332 M342
M349 M381 M383 M391 M392 M393 M416 M620 M710 M903
Q273 Q322 Q616

Markush Compounds

198635-A1701-N

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1740U

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0013 3002 0209 0231 1279 1588 1592 1602 1606 1999 2000 2002 2014
2021 2180 2197 2198 2318 2427 2434 2507 2509 2553 2585 2701 2723 2763

Multipunch Codes: 014 028 039 04- 062 063 147 198 200 231 239 24& 240 31- 316
332 334 336 359 398 431 440 477 50& 506 511 57- 575 58- 583 589 603 641 678 688
720 723

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1986-097458

(19) BUNDESREPUBLIK . (20) DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

(21) Offenlegungsschrift
(22) DE 3505269 A1

(51) Int. Cl. 4:
C 07 C 103/44
C 07 C 103/64
D 06 M 13/46

Behördeneigentum

DE 3505269 A1

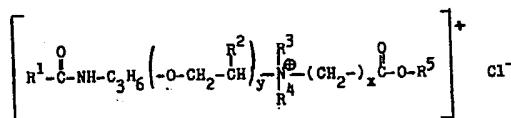
(23) Aktenzeichen: P 35 05 269.4
(24) Anmeldetag: 15. 2. 85
(25) Offenlegungstag: 21. 8. 86

(26) Anmelder:
Hoechst AG, 6230 Frankfurt, DE

(27) Erfinder:
Heiss, Lorenz, Dr., 6238 Hofheim, DE; Bücking,
Hans-Walter, Dr., 6233 Kelkheim, DE

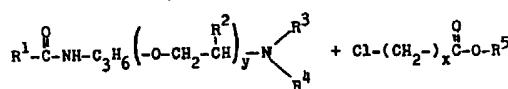
(28) Quarternäre Alkylamidobetainester, ein Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung in
Wäscheweichspülmitteln

Die neuen quarternären Alkylamidobetainester werden
durch die allgemeine Formel (I) beschrieben,



weichspülmitteln, wobei sie - neben dem Vorteil eines wei-
chen Griffs der damit behandelten Wäsche - sich durch be-
sonders gute Lösungs- und Dispergiereigenschaften aus-
zeichnen, so daß auch konzentriertere Einstellungen erzeugt
werden können.

in der die Substituenten folgende Bedeutung haben:
R¹, R⁵ = unabhängig voneinander (C₁₂-C₃₀)Alkyl oder (C₁₂-
C₃₀)Alkenyl; R² = H oder CH₃; R³, R⁴ = unabhängig voneinander
(C₁-C₃)Alkyl; y = eine ganze Zahl von 0 bis 10 und x = 1
oder 2. In einem Verfahren zur Herstellung dieser Verbin-
dungen erhitzt man, gegebenenfalls in Anwesenheit eines
organischen Lösungsmittels (z. B. einem Alkohol), ω -Dialkyla-
mino(alkoxy)propylamide von Fettsäuren der allgemeinen
Formel (II) mit Chloralkansäureestern von Fettalkoholen der
allgemeinen Formel (III)



Bevorzogene Verwendung finden diese Verbindungen in als
Lösung oder Dispersion vorliegenden flüssigen Wäse-

DE 3505269 A1

15.02.85

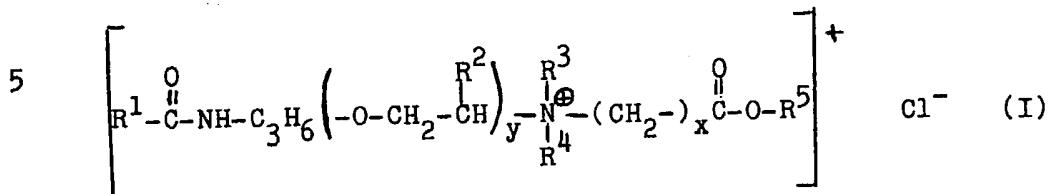
3505269

- 13 -

HOE 85/F 027

PATENTANSPRÜCHE

1. Quarternäre Alkylamidobetainester, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel (I)

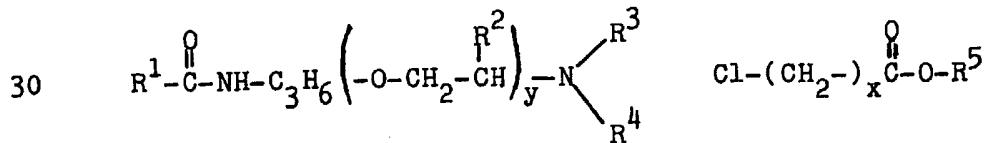


die Substituenten folgende Bedeutung haben:

- 10 R^1, R^5 unabhängig voneinander ($\text{C}_{12}\text{--C}_{30}$)Alkyl oder
 ($\text{C}_{12}\text{--C}_{30}$)Alkenyl,
 R^2 H oder CH_3 ,
 R^3, R^4 unabhängig voneinander ($\text{C}_1\text{--C}_3$)Alkyl,
 15 y eine ganze Zahl von 0 bis 10 und
 x 1 oder 2.

2. Alkylamidobetainester nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß $\text{R}^1, \text{R}^5 = (\text{C}_{14}\text{--C}_{25})$ Alkyl oder
 20 ($\text{C}_{14}\text{--C}_{25}$)Alkenyl; $\text{R}^2 = \text{H}$; $\text{R}^3, \text{R}^4 = \text{CH}_3$ oder C_2H_5 ; $y = 0$
 bis 3 und $x = 1$ bedeuten.

3. Verfahren zur Herstellung der Alkylamidobetainester
 nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man
 25 ω -Dialkylamino(alkoxy)propylamide von Fettsäuren der
 allgemeinen Formel (II) mit Chloralkansäureestern von
 Fettalkoholen der allgemeinen Formel (III)



(II)

(III)

gegebenenfalls in Anwesenheit eines organischen Löse-
mittels, erhitzt.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß
5 als organisches Lösemittel ein (C_2-C_5)Alkanol einge-
setzt wird.
5. Verwendung der Alkylamidobetainester nach Anspruch 1 in
flüssigen Wäscheweichspülmitteln.
- 10 6. Als Lösung oder Dispersion vorliegendes flüssiges
Wäscheweichspülmittel mit einem Gehalt von mindestens 1
Gew.-% an mindestens einem Alkylamidobetainester nach
Anspruch 1 und dem Rest bis zu 100 Gew.-% an üblichen
15 Hilfsstoffen und gegebenenfalls Wasser.
7. Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 6, dadurch gekenn-
zeichnet, daß es 1 bis 5 Gew.-% Alkylamidobetainester
und 0,1 bis 3 Gew.-% eines nichtionischen Dispergators
20 enthält.
8. Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 6, dadurch gekenn-
zeichnet, daß es 10 bis 30 Gew.-% Alkylamidobetainester
und 3 bis 10 Gew.-% eines nichtionischen Dispergators
25 enthält.
9. Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 6, dadurch gekenn-
zeichnet, daß es 30 bis 70 Gew.-% Alkylamidobetain-
ester, 5 bis 20 Gew.-% eines nichtionischen Disperga-
tors, 5 bis 30 Gew.-% eines (C_1-C_5)Alkanols und 5 bis
30 Gew.-% eines flüssigen (Ethylen- oder Propylen-)
30 Glykols, Polyglykols oder einer ihrer (C_1-C_4)Alkylether
enthält.

15.02.85

3

3505269

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT

HOE 85/F 027

Dr.IS/cr

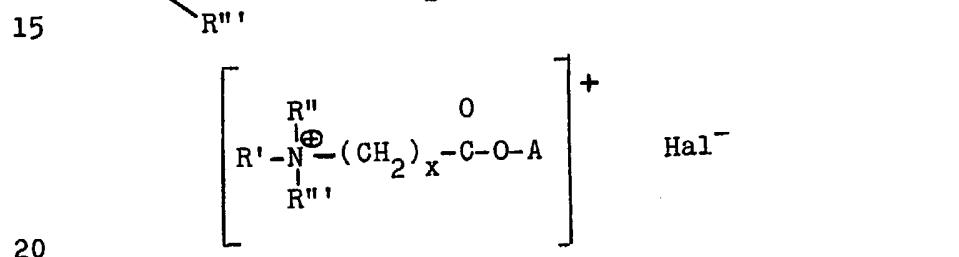
Quaternäre Alkylamidobetainester, ein Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung in Wäscheweichspülmitteln

Die Erfindung betrifft neue quaternäre Alkylamidobetainester, ein Verfahren zur Herstellung dieser neuen Verbindungen und deren Verwendung in der Textilveredlung und Faserpräparation oder in Wäscheweichspülmitteln.

5

Quaternäre Alkylamidobetainester sind an sich bekannte Verbindungen. In der DE-A 16 18 026 werden Verbindungen der nachstehenden allgemeinen Formel beschrieben, die aus den entsprechenden Aminen und Halogencarbonsäureestern hergestellt werden können,

10



20

wobei R', R'' und R''' gleich oder verschieden sind und Alkyl, Alkanol, Ether oder Amidreste bedeuten (mindestens ein Rest ist ein langkettiger Alkyl- oder Alkenylrest) sollen;

25 x bedeutet eine ganze Zahl von 1 bis 4; Hal ist Halogen, insbesondere Cl; A leitet sich von ein- oder mehrwertigen Alkanolen ab. In den Beispielen eingesetzte Verbindungen sind als Amine N-Lauryl-N,N-dimethylamin und N-Lauryloxypropyl-N,N-diethanolamin und als Halogencarbonsäureester Chloressigsäureethylester und β -Chlorpropionsäurisopropyl-

30

4

ester; daneben werden auch noch N-Cetyl-N,N-diethylamin, Laurinsäureamid des N,N-Dimethyl-N-aminopropylamins und Sorbit-chlorpropionsäureester genannt. Die Verbindungen sollen ein gutes Schaumvermögen, bactericide Wirksamkeit und 5 substantive Eigenschaften zeigen. Auch ihre Eignung als kationaktive Emulgatoren, Antistatika und Avivagemittel wird erwähnt. Vergleichbare Verbindungen beschreibt auch die DE-A 19 50 643, wobei als weitere Alkanolkomponente für den Rest A auch noch der Lauryldiglykolether genannt wird.

10 Es ist weiterhin bekannt, daß bestimmte kationische quaternäre Ammoniumverbindungen, wenn man sie im letzten Spülbad der Waschmaschine zusetzt, den verschiedenen Gewebarten wie Baumwolle, Wolle oder Baumwoll-Synthetik-Mischgewebe einen guten Griff und gleichzeitig antistatische 15 Eigenschaften verleihen können. Es bereitet aber gewisse Schwierigkeiten, höher konzentriert eingestellte Formulierungen dieser sogenannten Wäscheweichspülmittel herzustellen und sie gleichmäßig in der kalten Spülflotte zu 20 verteilen, weil bei Zusatz von Wäscheweichspülmitteln in Form von konzentrierten wäßrigen oder alkoholischen Lösungen gallertartige Ausscheidungen auftreten können, die beispielsweise zur Bildung von Flecken auf der Wäsche führen. Auch die Verdünnung eines solchen Konzentrats auf 25 eine handelsübliche 2 bis 5%ige Formulierung bereitet Schwierigkeiten, denn oftmals erhält man eine gelartige Mischung, die schwer oder überhaupt nicht mehr in kaltem Wasser dispergierbar ist. Wäscheweichspülmittel werden deshalb in der Praxis bisher allgemein in Form von verdünnten, 30 etwa 2 bis 10%igen wäßrigen Lösungen, eingesetzt. Diese verdünnten Lösungen können jedoch ebenfalls verschiedene Nachteile aufweisen. Sie können beispielsweise nicht bei zu tiefen Temperaturen gelagert werden, da sie häufig nach dem Einfrieren und Wiederauftauen eine Gelkonsistenz annehmen 35 und nicht mehr in homogene Lösung gebracht werden können.

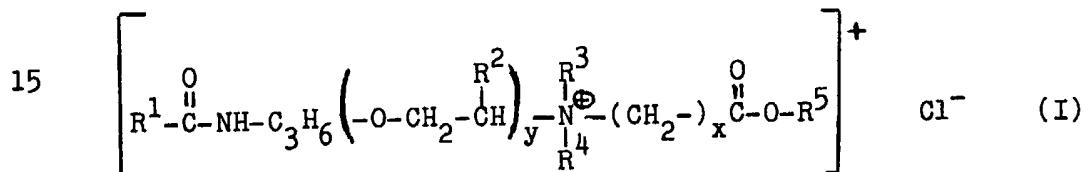
15.02.85
5
- 3 -

3505269

Ein weiterer Nachteil ist der hohe, an sich überflüssige Wassergehalt dieser Lösungen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, neue Verbindungen zu synthetisieren, die insbesondere bei ihrem Einsatz in Wäscheweichspülmitteln die genannten Nachteile nicht oder nur in geringerem Maße zeigen.

- Die Erfindung geht aus von den bekannten quarternären
 10 Alkylamidobetainestern. Die erfindungsgemäßen Verbindungen sind dann dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel (I)



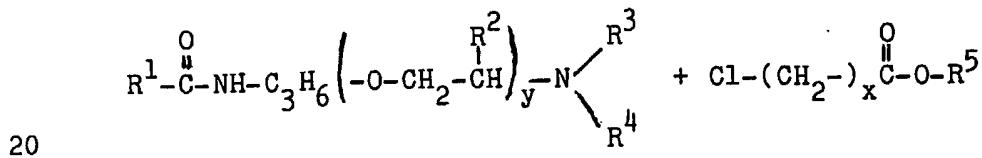
- 20 die Substituenten folgende Bedeutung haben:

- R^1, R^5 unabhängig voneinander ($C_{12}-C_{30}$)Alkyl oder
 $(C_{12}-C_{30})$ Alkenyl,
 R^2 H oder CH_3 ,
 25 R^3, R^4 unabhängig voneinander (C_1-C_3)Alkyl,
 y eine ganze Zahl von 0 bis 10 und
 x 1 oder 2.

- Bevorzugt sind unter diesen Verbindungen solche, in denen
 30 $R^1, R^5 = (C_{14}-C_{25})$ Alkyl oder $(C_{14}-C_{25})$ Alkenyl; $R^2 = \text{H}$;
 $R^3, R^4 = \text{CH}_3$ oder C_2H_5 ; $y = 0$ bis 3 und $x = 1$ bedeuten.

- Die Alkyl- oder Alkenyloxoreste (Alkanoyl- oder Alkenoylreste) $R^1\text{-CO}$ leiten sich von gesättigten und ungesättigten
 35 Fettsäuren wie Palmitinsäure ($R^1 = C_{15}\text{H}_{31}$), Stearinsäure

($R^1 = C_{17}H_{35}$), Arachinsäure ($R^1 = C_{19}H_{39}$), Behensäure ($R^1 = C_{21}H_{43}$), Ölsäure ($R^1 = C_{17}H_{33}$) oder Erucasäure ($R^1 = C_{21}H_{41}$) ab, während die Alkyl- oder Alkenyloxyreste R^5-O auf die entsprechenden Fettalkohole zurückzuführen sind. Da die Ausgangsverbindungen zur Erzeugung dieser Substituenten R^1 und R^5 oftmals als Gemische von Verbindungen unterschiedlicher C-Atomzahl vorliegen, können die erfindungsgemäßen Verbindungen ebenfalls als Gemische mit Substituenten R^1 , R^5 von jeweils unterschiedlicher Anzahl an C-Atomen vorliegen; die Anzahl an C-Atomen in Substituenten der einzelnen Komponenten eines solchen Gemisches soll aber innerhalb der erfindungsgemäß beanspruchten Bereiche liegen. In einem bevorzugten Verfahren zur Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel (I) werden nach dem nachstehenden Formelschema



20

(II)

(III)



25

ω -Dialkylamino(alkoxy)propylamide von Fettsäuren der allgemeinen Formel (II) mit Chloralkansäureestern von Fettalkoholen der allgemeinen Formel (III), gegebenenfalls in Anwesenheit eines organischen Lösemittels, erhitzt. In den allgemeinen Formeln (II) und (III) haben die Substituenten die weiter oben bei der Definition der Formel (I) angegebene Bedeutung.

Zur Herstellung der Verbindungen der Formel (II) werden in bekannter Weise beispielsweise die ω -Dialkylamino(alkoxy)-

35

15.02.05

7
- 8 -

3505269

propylamine-1

Dialku

Wassers

3505269
35025ea

rung von Acrylnitril an und Hydrierung des gebildeten Ethans erhalten. Die sich ansettsäuren wird - ebenfalls in e durch Erhitzen der Komponenten von mehr als 100°C und i der Reaktion entstehenden tel ausgeführt.

- 10 Zur Herstellung der Verbindungen der Formel (III) werden in bekannter Weise Fettalkohole mit Monochloressigsäure oder β -Monochlorpropionsäure in Anwesenheit einer starken Säure wie H_2SO_4 oder p-Toluolsulfonsäure oder einem H^+ -Ionenaustauscher mit einem Schleppmittel wie Toluol unter azeotroper Destillation des bei der Reaktion entstehenden Wassers umgesetzt.
- 15

- Die Quarternierung der Amine der allgemeinen Formel (II) mit den Chloralkansäureestern der allgemeinen Formel (III) erfolgt vorzugsweise in einem organischen Lösemittel wie einem (C_2-C_5) Alkanol durch mehrstündigtes Erhitzen beim Siedepunkt des Lösemittels, insbesondere zwischen 60 und 180°C. Die Reaktion wird im allgemeinen so lange (1 bis 36 h) durchgeführt, bis das organisch gebundene Chlor möglichst vollständig in Chloridionen überführt worden ist.
- 20
- 25

Beispiele für Verbindungen der allgemeinen Formel (I) sind:

- N-(2-Octadecyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-N-[3-(1-oxo-octadec-1-yl)amino-prop-1-yl]ammoniumchlorid mit
- 30 $R^1 = C_{17}H_{35}$; $R^3, R^4 = CH_3$; $R^5 = C_{18}H_{37}$; $y = 0$ und $x = 1$;

- N-(2-Octadecyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-N-[2-(3-oleoylamino-prop-1-oxy)-eth-1-yl]ammoniumchlorid
- 35 mit $R^1 = C_{17}H_{35}$; $R^2 = H$; $R^3, R^4 = CH_3$; $R^5 = C_{18}H_{37}$;
 $y = 1$ und $x = 1$;

N-(3-Hexadecyloxy-3-oxo-prop-1-yl)-N-methyl-N-ethyl-N-[2-(3-stearoylamino-prop-1-oxy)-1-methyl-eth-1-yl]-ammoniumchlorid mit $R^1 = C_{17}H_{35}$; $R^2 = CH_3$; $R^3 = CH_3$; $R^4 = C_2H_5$; $R^5 = C_{16}H_{33}$; $y = 1$ und $x = 2$;

5

N-(2-Octadecenyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-N-{2-[3-(1-oxo-hexadec-1-yl)amino-prop-1-oxy]-ethoxy-eth-1-yl}ammoniumchlorid mit $R^1 = C_{15}H_{31}$; $R^2 = H$; $R^3, R^4 = CH_3$; $R^5 = C_{18}H_{35}$; $y = 2$ und $x = 1$.

10

Die erfindungsgemäßen Verbindungen unterscheiden sich in allen Fällen von denen des Standes der Technik (siehe Einleitung) durch einen langkettigen, sich direkt an die Carboxylgruppe anschließenden Alkyl- oder Alkenylrest R^5 und bei $y \neq 0$ durch Alkoxygruppen zwischen dem quarternären Stickstoff und dem Aminopropylrest.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen zeigen auf Textilien deutlich weichmachende Eigenschaften, so daß sie insbesondere in der Textilveredlung und Faserpräparation oder in Wäscheweichspülmitteln eingesetzt werden können. Auf dem bevorzugten Anwendungsgebiet in Wäscheweichspülmitteln zeigen diese Verbindungen nicht die Nachteile des Standes der Technik bzw. zeigen diese in deutlich verringertem Maße. Dies gilt insbesondere für ihre besonders gute Löslichkeit und Dispergierbarkeit, so daß sie sich auch in kaltem Spülwasser leicht verteilen lassen.

Bei der Bereitung von flüssigen Wäscheweichspülmitteln werden die erfindungsgemäßen Verbindungen zweckmäßig in Form ihrer konzentrierten Lösungen in niederen Alkanolen, vorzugsweise Isopropanol oder im Gemisch dieser Alkanole mit Wasser eingesetzt. Die erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittel enthalten in diesem Fall eine bestimmte Menge solcher niederen Alkanole (etwa 5 bis 30 Gew.-%), insbesondere weisen diese Alkanole 1 bis 5 C-Atome auf.

15.02.85
g

- X -

3505269

Ein weiterer Bestandteil der Wäscheweichspülmittel können übliche nichtionische Dispergatoren oder Emulgatoren auf Basis von Oxalkylaten sein, die zusätzlich dazu beitragen, daß das Wäscheweichspülmittel in kaltem Wasser gut dispergiert ist. Geeignete nichtionische Dispergatoren sind beispielsweise Umsetzungsprodukte von jeweils etwa 2 bis 5 Mol Ethylenoxid (EO) mit einem Alkylphenol wie Xylenol, aber auch mit einem Alkylphenol mit einem langen Alkylrest von 8 bis 10 C-Atomen oder mit einem Fettalkohol mit 8 bis 10 C-Atomen, insbesondere Umsetzungsprodukte von etwa 5 bis 8 Mol EO mit 1 Mol Alkylphenol oder mit 1 Mol eines Fettalkohols oder eines Gemisches solcher Fettalkohole. Die Menge dieser nichtionischen Verbindungen beträgt 3 bis 15 Gew.-% bei schwach konzentrierten Wäscheweichspülmitteln mit einem Gehalt der erfindungsgemäßen Verbindungen von 10 bis 30 Gew.-%. Höher konzentrierte Wäscheweichspülmittel mit einem Gehalt der erfindungsgemäßen Verbindungen von 30 bis 70 Gew.-% enthalten vorzugsweise 5 bis 20 Gew.-% der nichtionischen Dispergatoren. Bei den verdünnten, in der Konzentration handelsüblichen Wäscheweichspülmitteln mit einem Gehalt an den erfindungsgemäßen Verbindungen von weniger als 10 Gew.-%, insbesondere einem Gehalt von 1 bis 5 Gew.-%, ist die Zugabe von solchen Dispergatoren nicht erforderlich, sie kann aber beispielsweise bei 0,1 bis 3 Gew.-% liegen.

Die höher konzentrierten Wäscheweichspülmittel enthalten darüberhinaus vorzugsweise noch 5 bis 30 Gew.-% eines Ethylenglykols, Propylenglykols, Polyethylenglykols, Polypropylenglykols oder die (C_1-C_4)Alkylether dieser Verbindungen. Von dieser Produktgruppe kommen nur solche Verbindungen in Frage, die flüssig sind. Diese Verbindungen zeigen in den Wäscheweichspülmitteln eine lösungsvermittelnde Wirkung.

Die Herstellung der Wäscheweichspülmittel kann durch einfaches Vermischen der Komponenten oder ihrer konzentrierten Lösungen geschehen. Gegebenenfalls können auch Parfüms, Farbstoffe, optische Aufhellungsmittel oder sonstige Hilfsstoffe zugesetzt werden. Zur Einstellung der gewünschten Endkonzentration wird gegebenenfalls noch mit der hierfür notwendigen Menge Wasser verdünnt. Die Mengen der einzelnen Komponenten werden innerhalb der angegebenen Grenzen so gewählt, daß die Summe der Komponenten im fertigen Mittel, einschließlich eventuell zusätzlicher Mengen an Wasser, Parfüms und Farbstoffen 100 Gew.-% beträgt.

Die Einsatzmenge der Wäscheweichspülmittel beträgt, bezogen auf eine Waschmaschinenfüllung an Wäsche (ca. 4 kg) 15 80 bis 150 ml, 30 bis 70 ml bzw. 10 bis 20 ml für ein Wäscheweichspülmittel mit einem Gehalt an erfindungsgemäßen Verbindungen von 2 bis 10 Gew.-%, 10 bis 30 Gew.-% bzw. 30 bis 70 Gew.-%.

20 Die die erfindungsgemäßen Verbindungen enthaltenden Wäscheweichspülmittel, die gute weichmachende Eigenschaften aufweisen, lassen sich in kaltem Wasser gut dispergieren, ohne daß es zu einer störenden Gelbildung kommt. Hierbei ist es von Vorteil, daß sie auch als Konzentrate 25 mit geeigneten Dosiervorrichtungen direkt in Haushaltswaschmaschinen eingegeben werden können. Diese gute Löslichkeit erlaubt es auch, sie als Konzentrate erst kurz vor ihrer Eingabe in die Waschmaschine zu verdünnen, so daß die Wäscheweichspülmittel auch in konzentrierter Form 30 und nicht nur als verdünnte wässrige Lösungen gehandelt werden können. Dadurch entfällt die Notwendigkeit, auf allen Stufen des Handels größere, letzten Endes überflüssige Mengen Wasser transportieren zu müssen.

15.02.85

-8-M

3505269

In den folgenden Beispielen verhalten sich Gew.-Teile (GT) zu Vol.-Teilen (VT) wie kg zu dm³. Prozentangaben sind - wenn nichts anderes angegeben ist - auf das Gewicht bezogen.

5

C H E M I S C H E B E I S P I E L E

Beispiel 1

10 ω -Dimethylamino-3-ethoxy-propylamin-1

Zu 89 GT (1 mol) 1-N,N-Dimethylaminoethanol-2 und 1 GT Natriummethylat werden im Verlauf von 2 h bei 30°C unter Kühlung 58 GT (1,1 mol) Acrylnitril eingetropft. Es wird 15 2 h bei 30°C nachgerührt und mit 2 GT Milchsäure das Natriummethylat neutralisiert. In einem Autoklaven hydriert man mit 5 GT Raney-Nickel als Katalysator in Anwesenheit von etwa 15 VT flüssigem Ammoniak. Hierzu erhitzt man unter Rühren auf 80°C und drückt bei etwa 100 20 bar etwa 2 h lang Wasserstoff auf. Man filtriert vom Katalysator ab und erhält 130 GT ω -Dimethylamino-3-ethoxy-propylamin-1 (89 % der Theorie). Die Analyse ergibt an

Gesamtstickstoff: 19,0 %, berechnet 19,3 %; an
25 primärem Stickstoff: 9,3 %, " 9,6 %; und an
tertiärem Stickstoff: 9,1 %, " 9,6 %.

Beispiel 2

30 N-Stearoyl-3-dimethylamino-propylamid-1

135 GT (0,5 mol) Stearinsäure und 61,2 GT (0,6 mol) 3-Dimethylamino-propylamin-1 werden in 200 VT Toluol unter azeotroper Auskreisung des Reaktionswassers am Rückfluß 35 gekocht. Wenn 9 GT Wasser abgetrennt sind, destilliert man

Toluol und im Vakuum überschüssiges 3-Dimethylamino-propylamin-1 ab. Man erhält in quantitativer Ausbeute 176 GT N-Stearoyl-3-dimethylamino-propylamid-1.

- 5 Die Analyse ergibt an
basischem Stickstoff: 3,9 %, berechnet 3,95 %; und an
Gesamtstickstoff: 7,8 %, " 7,9 %.

Beispiel 3

- 10 N-Oleoyl- ω -dimethylamino-3-ethoxy-propylamid-1
141 GT (0,5 mol) Ölsäure und 87,5 GT (0,6 mol)
 ω -Dimethylamino-3-ethoxy-propylamin-1 werden in 200 VT To-
15 luol unter azeotroper Auskreisung des Reaktionswassers am
Rückfluß gekocht. Wenn 9 GT Wasser abgetrennt sind, ent-
fernt man das Lösemittel und im Vakuum überschüssiges
Amin. Man erhält quantitativ 205 GT N-Oleoyl- ω -dimethyl-
amino-3-ethoxy-propylamid-1. Die Analyse ergibt an
20 basischem Stickstoff: 3,4 %, berechnet 3,42 %; und an
Gesamtstickstoff: 6,8 %, " 6,83 %.

Beispiel 4

- 25 Chloreessigsäure-octadecylester
135 GT (0,5 mol) Octadecanol und 50 GT (0,53 mol) Chlor-
essigsäure werden in 200 VT Toluol und 20 GT eines han-
delsüblichen H⁺-Ionenaustauschers unter Rückfluß erhitzt
30 und das Reaktionswasser azeotrop destilliert. Wenn 10 VT
Wasser ausgekreist sind, filtriert man den Ionenaus-
tauscher ab, schüttelt mit NaHCO₃-haltigem Wasser
aus, entfernt das Lösemittel und erhält 170 GT
Chloreessigsäure-octadecylester (98 % der Theorie). Die
35 Analyse ergibt:
organisch gebundenes Chlor: 10,1 % (Theorie 10,3 %).

Auf vergleichbare Weise erhält man den Chloressigsäure-octadecenylester, wenn man anstelle des Octadecanols den Oleylalkohol (Octadecenol) verwendet.

5 Beispiel 5

N-(2-Octadecyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-N-[3-(1-oxo-octadec-1-yl)amino-prop-1-yl]ammoniumchlorid

10 70,8 GT (0,2 mol) N-Stearoyl-3-dimethylamino-propylamid-1 und 69,4 GT (0,2 mol) Chloressigsäure-octadecylester werden in 250 VT Isopropanol während 12 h unter Rückfluß gekocht und das Lösemittel entfernt. Man erhält den Octadecylbetainester des N-Stearoyl-3-dimethylamino-propylamids-1 in quantitativer Ausbeute. Ionogener und Gesamtchlorgehalt betragen jeweils 4,9 % (Theorie 5 %).

15 Beispiel 6

20 N-(2-Octadecyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-N-[2-(3-oleoylamino-prop-1-oxy)-eth-1-yl]ammoniumchlorid

25 82 GT (0,2 mol) N-Oleoyl- ω -dimethylamino-3-ethoxy-propylamid-1 und 69,9 GT (0,2 mol) Chloressigsäure-octadecylester werden in 300 VT Ethanol während 10 h unter Rückfluß gekocht und das Lösemittel entfernt. Man erhält den Octadecylbetainester des N-Oleoyl- ω -dimethylamino-3-ethoxy-propylamids-1. Ionogener und Gesamt-Chlorgehalt betragen 4,6 % Chlor (Theorie 4,7 %).

A N W E N D U N G S B E I S P I E L E

Im folgenden sind einige typische Rezepturen für Wäsche-
weichspülmittel mit einem Gehalt an einer Verbindung der
5 allgemeinen Formel (I) zusammengestellt.

Beispiel I

Ein in der Konzentration eines der handelsüblichen Wäsche-
10 nachbehandlungsmittel (Wäscheweichspülmittel) angesetztes
Mittel enthält 5 % der Verbindung nach Beispiel 5 der che-
mischen Beispiele; der Restgehalt bis auf 100 % sind
Wasser, Parfüm, Farbstoff und Emulgator. 100 ml dieses
Mittels werden in einer Waschmaschine (4 kg Füllmenge) im
15 letzten Spülbad zugegeben, wonach die behandelte Wäsche
einen hervorragenden weichen Griff aufweist, der in der
Größenordnung dem mit einem handelsüblichen Wäscheweich-
spülmittel (mit einem Gehalt an Distearyl-dimethyl-
ammoniumchlorid) zu erzielenden Griff vergleichbar ist.

20

Beispiel II

Ein als Wäscheweichspülmittel-Konzentrat angesetztes
Mittel enthält 20 % der Verbindung nach Beispiel 6; der
25 Restgehalt bis auf 100 % sind Wasser, Parfüm, Farbstoff
und Emulgator. Mit 20 ml dieses Mittels wird ein dem Bei-
spiel I vergleichbares Ergebnis erzielt.

Beispiel III

30

Ein als hochkonzentriertes Wäscheweichspülmittel angesetz-
tes Mittel enthält 67 % der Verbindung nach Beispiel 6,
10 % Emulgator (ethoxyliertes Nonylphenol mit 6 EO-Ein-
heiten), 20 % Diethylenglykol und 3 % Parfüm. Bereits ab
35 etwa 5 ml dieses Mittels wird ein dem Beispiel I ver-
gleichbares Ergebnis erzielt.